



УДК 669.017.15

ВЛИЯНИЕ МИКРОСТРУКТУРЫ НА МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ПРИ РАСТЯЖЕНИИ ВЫСОКОЭНТРОПИЙНОГО СПЛАВА AlCoCrCuFeNi

*А.В. Кузнецов, *Г.А. Салищев, **О.Н. Сеньков,

*Н.Д. Степанов, *Д.Г. Шайсултанов

*Белгородский государственный университет,

ул. Победы 85, Белгород, 308015, Россия, e-mail: kuznetsov@bsu.edu.ru, ak72@mail.ru

**ЮИС Инк.,

4401 Дэйтон - Ксения Рд., Дэйтон, Огайо, 45432, США, e-mail: oleg.senkov@wpafb.af.mil

Аннотация. В результате всестороннейковки при температуре 950°C структура литого высокоэнтропийного сплава AlCoCrCuFeNi трансформировалась из грубой дендритной в мелкую равноосную дууплексную структуру из смеси ОЦК и ГЦК фаз со средним размером зерен/частиц $\sim 1.5 \pm 0.9$ мкм. Механические свойства в литом и ковном состояниях определялись при испытаниях на растяжение в интервале температур 20°C - 1000°C . Послековки сплав прочнее и пластичнее, чем в литом состоянии при комнатной температуре. Предел текучести, предел прочности и относительное удлинение в деформированном состоянии составляли соответственно 1040 МПа, 1170 МПа и 1%, по сравнению с 790, 790 и 0.2% в литом состоянии. В обоих состояниях обнаружен хрупко-вязкий переход (ХВП), приводящий к значительному повышению удлинения в узком температурном интервале. В литом состоянии этот переход происходит между 700 и 800°C , а в ковном состоянии между 600 и 700°C . В интервале температур 800 - 1000°C кованный сплав демонстрирует признаки сверхпластического течения – относительное удлинение превышает 400% и достигает 860% при температуре 1000°C .

Ключевые слова: электронная микроскопия, механические свойства, высокоэнтропийные сплавы, термомеханическая обработка, измельчение зерен, пластичность.

Введение

Разработка и применение новых конструкционных материалов со свойствами, превышающими свойства используемых в настоящее время аналогов, необходимы для дальнейшего прогресса в машиностроении, в частности, в аэрокосмической отрасли. В последнее десятилетие был разработан новый класс материалов, так называемых высокоэнтропийных сплавов (ВЭСов) [1-3]. Эти сплавы содержат от 5 до 13 основных элементов в примерно эквимольных концентрациях, поэтому содержание каждого отдельного элемента находится в пределах от 5 до 35 % [1]. Высокая энтропия смешения препятствует образованию интерметаллидных фаз, в результате этого сплавы состоят преимущественно из простых твердых растворов, что приводит к благоприятному сочетанию прочности при сжатии и пластичности [1, 4-13].

Многие ВЭСы обладают высокой твердостью, прочностью, износостойкостью, а их микроструктура очень стабильна при повышенных температурах [1,14,15]. Такая комбинация свойств делает их крайне привлекательными для широкого ряда применений,



однако, низкая пластичность и хрупкость, особенно при комнатной температуре, значительно ограничивают возможности использования данных материалов. Было показано, что отжиг может увеличить пластичность литых ВЭСов [9, 16]. Вследствие низкой пластичности большинство данных о механических свойствах были получены при испытаниях на сжатие или измерениях твердости. На данный момент известна лишь одна публикация, в которой представлены механические свойства ВЭСа $\text{Al}_{0.5}\text{CrCuFeNiCo}$ при испытаниях на растяжении [10]. Кроме того, нужно также отметить, что большинство описанных свойств ВЭСов были измерены в литом состоянии. Известно, что во многих случаях свойства литых сплавов уступают свойствам деформированных. Усадочная пористость, грубая дендритная структура, химическая неоднородность, метастабильные эвтектики по границам зерен, типичные для литой структуры, неблагоприятно отражаются на механических свойствах. Улучшить микроструктуру и механические свойства отливок может всесторонняя горячая деформация [17-21]. К сожалению, в открытых литературных источниках нет сведений о влиянии процесса горячей обработки на свойства ВЭСов.

В данной статье представлены данные о микроструктуре и механических свойствах интенсивно пластически деформированного высокоэнтروпийного сплава AlCoCrCuFeNi в сравнении с аналогичными данными для литого состояния. Данный сплав был выбран, поскольку он является наиболее изученным среди всех ВЭСов [1,9, 22-24]. Для него известна приблизительная фазовая диаграмма [23], что позволило выбрать температурный интервал для термомеханической обработки.

1. Материал и методики

Слиток высокоэнтропийного сплава AlCoCrCuFeNi \varnothing 40 мм и высотой 90 мм был получен индукционной плавкой составляющих элементов с последующим электрошлаковым переплавом и литьем в охлаждаемую медную изложницу. Химический состав слитка представлен в табл. 1.

Таблица 1

Химический состав изучаемого сплава

	Al	Cr	Cu	Ni	Fe	Co
Атомные %	16.16 \pm 0.63	15.86 \pm 0.05	17.42 \pm 0.01	16.65 \pm 0.23	15.96 \pm 0.15	17.07 \pm 0.19
Весовые %	8.20 \pm 0.40	15.65 \pm 0.05	20.95 \pm 0.05	18.55 \pm 0.25	17.80 \pm 0.10	18.10 \pm 0.20

Две пластины, толщиной 10 мм каждая, были отрезаны от верхней и нижней части слитка. Из оставшейся части слитка была вырезана заготовка \varnothing 40 мм и длиной 35 мм, которая была подвергнута гомогенизационному отжигу при температуре 960°C в течение 50 часов. После гомогенизации, заготовка была подвергнута всесторонней горячей ковке при температуре 950°C в трех ортогональных направлениях (a-b-c ковка) [20-22]. Ковка осуществлялась с использованием гидравлического пресса DEVR 4000 с

максимальным усилием 0.4МН, оснащенного изотермическим штамповым блоком. Скорость перемещения траверсы - 1мм/с, достигнутая общая степень деформации составила $\sim 1000\%$. Микроструктура образцов изучалась на полированных образцах с использованием сканирующих электронных микроскопов Quanta 200 3D и Quanta 600 оснащенных детекторами обратно рассеянных электронов, а также приставками для энергодисперсионного анализа (ЭДС) и анализа картин дифракции обратно-рассеянных электронов (ДОРЭ). Микротвердость по Виккерсу, HV, измерялась с нагрузкой 250 грамм и временем выдержки 15 с. Испытания на одноосное растяжение в интервале температур от 20 до 1000°C проводились на воздухе с использованием испытательной машины Instron 5882, оснащенной печью для нагрева до 1200°C. Скорость деформирования составляла 0.016 мм/с, что соответствует начальной скорости деформации 10^{-3} с^{-1} . Размер рабочей части образцов составлял $16 \times 3 \times 1,5 \text{ мм}^3$.

2. Результаты

Влияние всестороннейковки на микроструктуру.

Дендритная структура сплава в литом состоянии представлена на рис. 1а. Размер дендритов составляет около 50 мкм. По данным ДОРЭ анализа микроструктура состоит из матрицы с ОЦК решеткой (темные области, объемная доля около 53%) и частиц с ГЦК решеткой (светлые области, объемная доля около 47%). Частицы с ГЦК решеткой расположенные по границам зерен (т.е. в междендритных областях) больше и светлее чем серые частицы, расположенные в зернах с ОЦК решеткой (дендритах). ЭДС химический анализ показал, что междендритные ГЦК частицы содержат значительно больше Cu, чем расположенные внутри дендритов. Рентгеноструктурный анализ выявил наличие ОЦК фазы и двух ГЦК фаз, с параметрами решеток $a = 2.88 \text{ \AA}$ (ОЦК), 3.60 \AA (ГЦК1) и 3.63 \AA (ГЦК2).

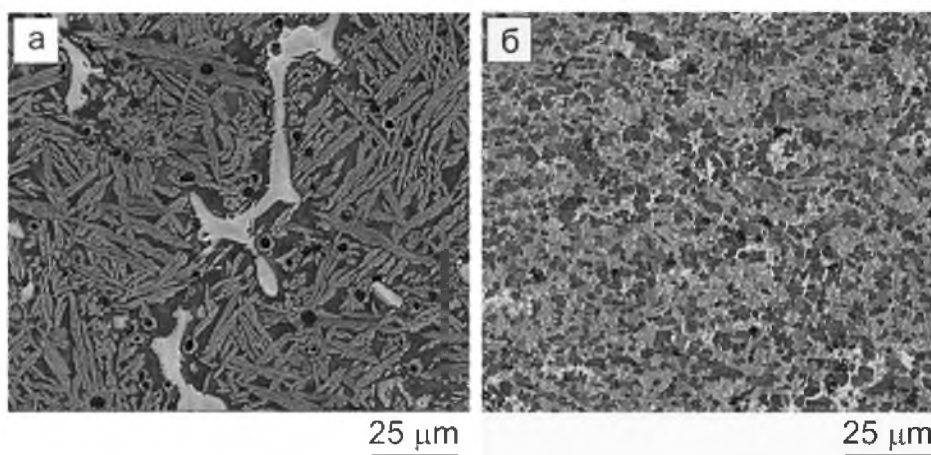


Рис. 1. Микроструктура сплава AlCoCrCuFeNi в (а) литом и (б) кованом состояниях

После всестороннейковки при 950°C происходит значительное измельчение структуры (рис. 1б). Дендритная литая структура трансформируется в рекристаллизованную duplexную структуру. ОЦК зерна измельчаются и приобретают равноосную форму,



ГЦК частицы, равномерно распределенные в матрице, также измельчаются и приобретают почти равноосную форму. Объемная доля ОЦК фазы возрастает до $\sim 60\%$, а доля ГЦК фазы уменьшается до $\sim 40\%$. Дифрактограмма кованого образца показывает, что, кроме одной ОЦК фазы и двух ГЦК фаз, с параметрами близкими к литому состоянию, также присутствует σ фаза (обогащенная Cr и Fe). Небольшие характеристические пики от σ фазы расположены между пиками (111) и (200) от ГЦК фаз. Для литой структуры эти пики не наблюдаются. Дуплексная структура сплава характеризуется логарифмическим нормальным распределением зерен/частиц по размеру. Средняя величина зерен/частиц составляет 1.5 ± 0.9 . Высокое значение стандартного отклонения ($s=0.9$ мкм) связано с большой разницей в размерах зерен/частиц (от 0.2 до 6.1 мкм), присутствующих в микроструктуре.

Механические свойства.

На рис. 2 показаны типичные кривые напряжение-деформация полученные в ходе испытаний на растяжение при $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ и различных температурах для изучаемого сплава в литом состоянии (а) и после горячейковки (б). Значения предела текучести, $\sigma_{0.2}$, предела прочности, σ_B , и относительного удлинения, δ , полученные в результате испытаний приведены в табл. 2.

Таблица 2

Механические свойства на растяжение AlCoCrCuFeNi

Температура Состояние		20°C	300°C	600°C	700°C	800°C	900°C	1000°C
Литое	$\sigma_{0.2}$, МПа	790	-	542	350	161	88	37
	σ_B , МПа	790	-	551	360	180	100	44
	δ , %	0.2	-	0.4	4.7	12.1	30	77
Кованное	$\sigma_{0.2}$, МПа	1040	810	300	63	22	14	9
	σ_B , МПа	1170	880	350	91	26	18	22
	δ , %	1.0	0.4	1.3	63	604	405	864

При комнатной температуре литой образец хрупко разрушается сразу по достижению предела текучести, так что он совпадает с пределом прочности и они равны 790 МПа, ($\delta=0.2\%$). Послековки сплав упрочняется и показывает некоторую пластичность при комнатной температуре: $\sigma_{0.2}=1040$ МПа, $\sigma_B=1170$ МПа, а $\delta=1.0\%$.

Значительное повышение δ литого сплава (с $\sim 4.7\%$ до 12.1%) происходит в интервале температур 700-800°C, что вероятно обусловлено происходящим хрупко-вязким переходом. При этом происходит заметное разупрочнение: $\sigma_{0.2}$ уменьшается с 350 МПа до 161 МПа, а σ_B – с 360 МПа до 180 МПа (см. рис. 2а и табл. 2). Дальнейшее повышение температуры испытаний до 1000°C приводит к монотонному падению прочности ($\sigma_{0.2}=37$ МПа, $\sigma_B=44$ МПа) и повышению пластичности литого сплава ($\delta=77\%$). Анализ кривых напряжение-деформация для литого сплава показывает, что в интервале температур 700-1000°C максимальное напряжение достигается практически сразу



после начала упругой стадии деформации, а затем происходит заметное снижение напряжения течения. Общее удлинение в основном зависит от длительности этой стадии разупрочнения. Так как уменьшение напряжения течения, скорее всего, связано с локализацией деформации и образованием шейки, увеличение продолжительности стадии разупрочнения может быть обусловлено замедлением развития шейки с увеличением температуры.

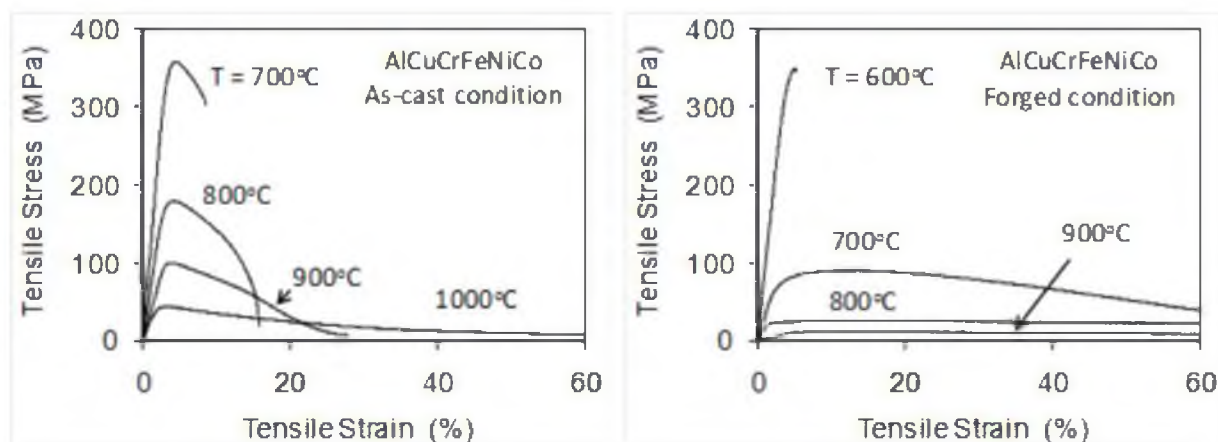


Рис. 2. Типичные кривые напряжение-деформация сплава в (а) литом и (б) ковном состояниях при испытаниях при различных температурах ($\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$)

Для кованного сплава характерен отчетливый ХВП, при котором происходит резкое повышение δ от 1.3% до 63%, в интервале 600-700°C (см. рис. 2б и табл. 2), т. е. при более низких температурах чем для литого сплава. Соответствующее падение предела текучести (от 300 МПа до 63 МПа) и предела прочности (от 350 МПа до 91 МПа) происходит значительно быстрее, чем в литом сплаве. Выше температуры ХВП, кованный сплав значительно более пластичен, чем литой. Так, при температуре 800°C предел прочности для литого сплава более чем в 6 раз выше чем для кованного сплава (соответственно 180 МПа и 26 МПа), и даже при температуре 1000°C литое состояние приблизительно в 3 раза прочнее ($\sigma_B=44$ МПа и 14 МПа, соответственно). Интересен тот факт, что ХВП происходит при приблизительно одинаковых значениях предела прочности (~ 350 МПа) для обоих состояний. При испытании образцов сплава послековки выше температуры ХВП наблюдается стадия установившегося течения и очень высокие значения относительного удлинения, которое достигает 604% МПа при 800°C и 864% при 1000°C (см. рис. 2б и табл. 2). На рис. 3 представлены образцы в литом и ковном состоянияхковки после растяжения при 1000°C. В литом образце проявляется ярко выраженная локализация деформации (образование шейки), разрушение происходит за счет сдвига при относительном удлинении $\delta=77\%$. Образец послековки деформируется очень однородно, без образования шейки, и до очень высокого удлинения $\delta=864\%$. Скорее всего, крайне высокие значения относительного удлинения и низкие напряжения течения являются признаком сверхпластического поведения сплава послековки в интервале 800°C-1000°C.



Рис. 3. Фотографии образцов деформированных при 1000°C: (а) а недеформированный образец; (б) литой образец ($\delta=77\%$); и (в) кованый образец ($\delta=864\%$). $\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ с}^{-1}$

Таблица 3

Микротвердость по Виккерсу сплава AlCoCrCuFeNi в литом и кованом состояниях после испытаний на растяжение при различных температурах

Температура(°C)		20	600	700	800	900	1000
Состояние							
Литое	Головка	463±12	-	433±18	472±16	469±15	405±9
	Шейка	439±14	-	449±15	498±21	445±33	372±27
Кованное	Головка	432±3	432±11	410±2	419±3	418±3	392±2
	Шейка	420±3	435±13	332±6	349±5	334±5	388±6

В табл. 3 представлена микротвердость по Виккерсу образцов после испытаний при различных температурах. Микротвердость у литого сплава выше, чем послековки. HV в слабо деформированной шейке (при температурах до 700°C) почти такая же, как и в недеформированной головке. С другой стороны, HV сильно деформированной шейки в образцах послековки (700-1000°C) и образцах литого сплава (1000°C) заметно меньше, чем в головке соответствующих образцов, что связано с появлением пористости в сильно деформированных участках образцов (см. ниже). Повышение HV образцов литого сплава после испытаний при 800°C может быть обусловлено фазовым превращением (выделением σ -фазы) в этом температурном интервале [10].

Эволюция микроструктуры в ходе испытаний на растяжение.

На рис. 4 представлены примеры микроструктур, полученных в режиме обратнорассеянных электронов, в недеформированной (головке) и деформированной (шейке) частях образцов литого сплава после растяжения при повышенных температурах. Разный вид ГЦК частиц внутри дендритов, скорее всего, обусловлен их пластинчатой морфологией и разной ориентацией дендритных зерен. Деформация при 700°C и 800°C не приводит к заметным изменениям в литой дендритной структуре: микроструктура остается подобной исходному состоянию и в головке, и в шейке. После деформации при 900°C в шейке происходит фрагментация и глобуляризация крупных ГЦК частиц, тогда как в головке не происходит видимых изменений (рис. 4а, б).

После деформации при 1000° микроструктура в шейке полностью трансформируется в рекристаллизованную дуплексную структуру с однородно распределенными ГЦК

частицами (рис. 4г). Средний размер частиц составляет $\sim 2.4 \pm 1.0$ мкм. Стоит отметить, что выдержка того же образца при температуре 1000°C не приводит к видимым изменениям в литой дендритной структуре (см. рис. 1а и рис. 4в).

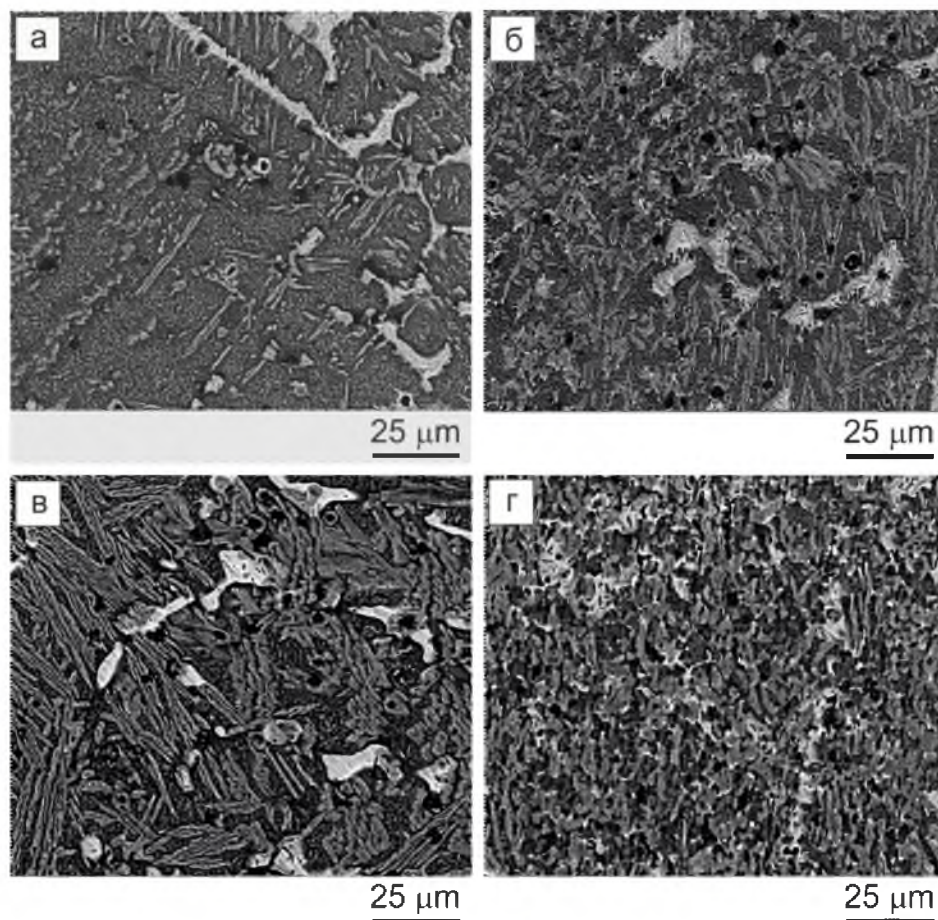


Рис. 4. Микроструктура литого сплава AlCoCrCuFeNi после растяжения при температуре: (а, б) – 900°C ; (в, г) – 1000°C ; (а, в) недеформированная (головка) и (б, г) деформированная (шейка) области

В ходе испытаний на растяжение в интервале температур 20°C - 1000°C образцов сплава послековки не происходит изменений в морфологии структуры (рис. 5).

Тем не менее, рост зерен/частиц был отмечен после испытаний при 900°C и 1000°C (табл. 4). Для примера, средний размер зерен/частиц в головке (недеформированной части) возрастает с 1.5 мкм (послековки) до 2.5 мкм после испытаний при 900°C и 2.8 мкм после 1000°C . Размер зерен/частиц в сильно деформированной шейке несколько меньше (2.2 мкм при 900°C и 2.6 мкм при 1000°C) чем в недеформированной области образцов, что может быть свидетельством деформационного измельчения частиц.

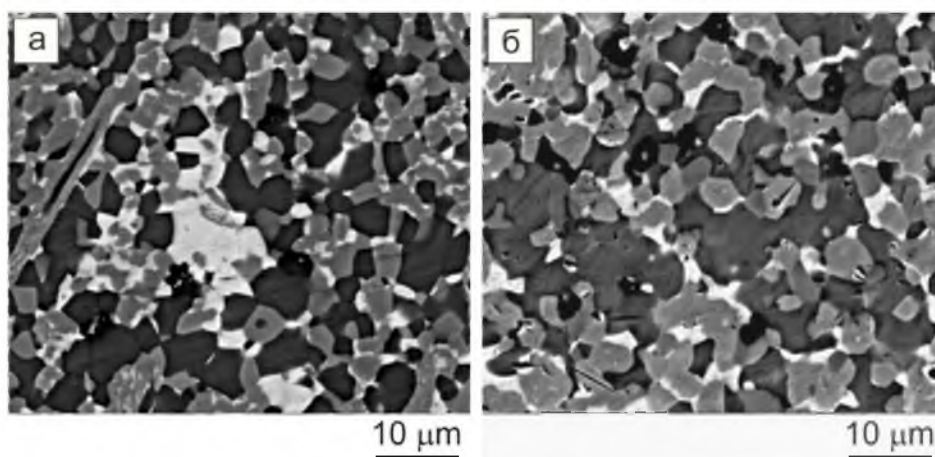


Рис. 5. Микроструктура ковального сплава AlCoCrCuFeNi после растяжения при температуре 1000°C: (а) недеформированная (головка образца) и (б) деформированная (шейка) области

Таблица 4

Средний размер зерен/частиц и стандартное отклонение (в мкм) дуплексной структуры ковального AlCoCrCuFeNi сплава после испытаний на растяжение при различных температурах

Температура испытания (°C)	600	700	800	900	1000
Головка	1.5 ± 0.8	1.6 ± 0.9	1.9 ± 1.0	2.5 ± 1.3	2.8 ± 1.3
Шейка	1.6 ± 0.8	1.5 ± 0.8	1.6 ± 0.9	2.2 ± 1.1	2.6 ± 1.4

Пористость в образцах после испытаний на растяжение.

В образцах литого сплава после растяжения в интервале 20-700°C в деформированной области пор не наблюдается. Разрушение образцов происходит за счет распространения трещин, в основном в междендритной области. При повышении температуры, трещины, образовавшиеся на границах ГЦК частиц и ОЦК матрицы, округляются и превращаются в поры за счет пластической деформации окружающих областей (рис. 6а). Трещины, приводящие к разрушению, распространяются вдоль межфазных границ, образующих угол $\sim 45^\circ$ с направлением растяжения. Морфология пор в литом образце, деформированном при температуре 1000°C ($\delta = 77\%$), отличается от описанной выше. В этом случае поры удлинены в направлении растяжения из-за сильной деформации окружающей матрицы, а разрушение происходит в результате образования шейки и утонения областей, разделяющих поры (рис. 6в).

После растяжения при температурах выше 600°C ковального сплава наблюдается значительное число пор и трещин в обширной области рядом с поверхностью излома. При 700°C поры образуются и растут вдоль поверхностей ГЦК частиц, практически перпендикулярных направлению растяжения. При более высоких температурах поры удлинены в направлении растяжения (рис. 6 б,г). Подобное сверхпластическому поведение сплава в этом температурном интервале (800-1000°C) препятствует локализации

деформации и слиянию ближайших пор, в результате чего образуются очень длинные поры. Анализ микроструктуры этих образцов показал, что поры и трещины возникают на поверхностях раздела между ОЦК и ГЦК фазами.

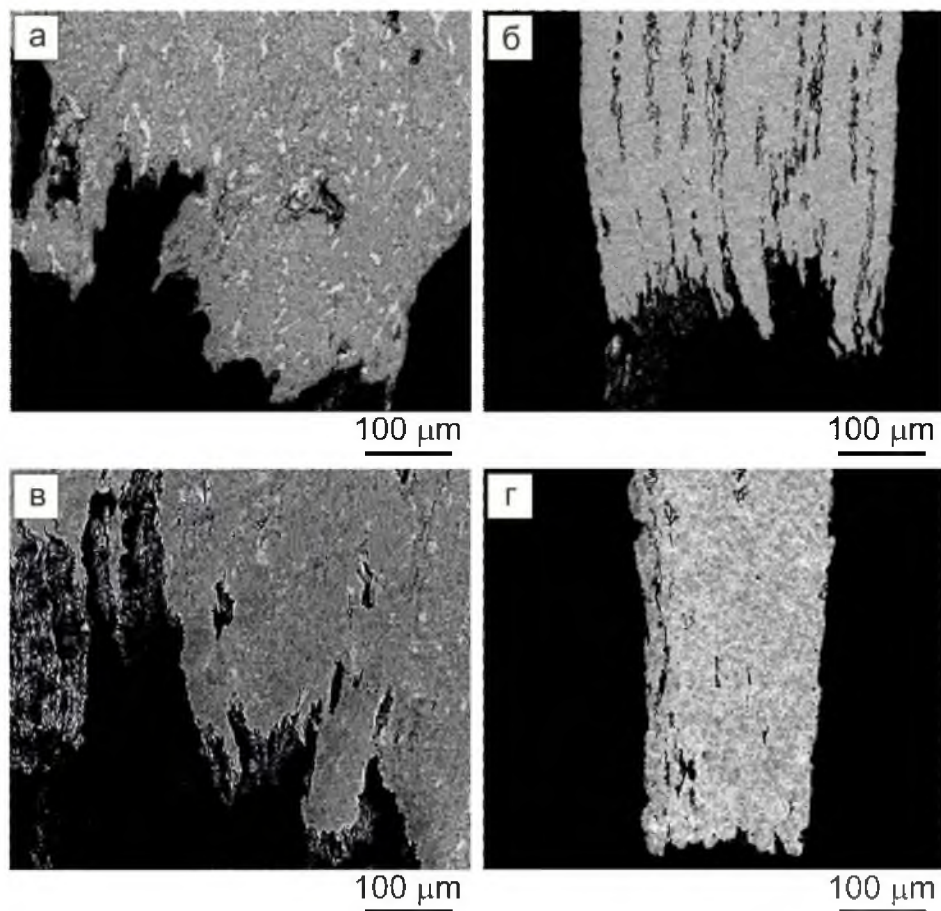


Рис. 6. Микроструктура шейки образцов сплава в литом (а, в) и ковном (б, г) состояниях после растяжения при температуре: (а, б) – 900°C; (в, г) – 1000°C

На рис. 7а представлена температурная зависимость объемной доли пор в шейке для литых и кованых образцов после растяжения. При увеличении температуры от 700°C до 1000°C в литых образцах доля пор возрастает от 0.1% до 1.0%. В кованых образцах пористость быстро возрастает от 0.2% при 600°C до 10.5% при 700°C, достигает значения 12.5% при 900°C, и затем снижается до 7.9% при 1000°C. Высокая пористость шейки кованых образцов в основном обусловлена большой степенью деформации этих образцов при 800-1000°C. Поэтому на рис. 7б представлена зависимость объемной доли пор нормированной на величину деформации. Объемная доля пор на 1% удлинения в литых образцах практически не зависит от температуры и составляет ~0.01-0.02%. Для кованых образцов максимальная доля пор на 1% удлинения составляет 0,17% при 700°C, быстро снижается до ~0.02-0.03% при 800°C, и дальше практически не зависит от температуры.

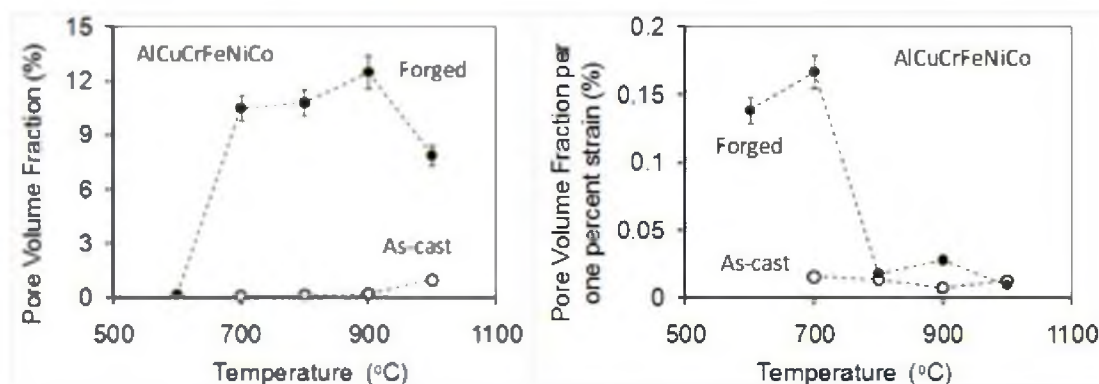


Рис. 7. (а) Объемная доля пор в шейке образцов после растяжения в зависимости от температуры; (б) те же данные нормированные на относительное удлинение (% пор на 1% удлинения). ($\dot{\epsilon} = 10^{-3} \text{ s}^{-1}$).

Фрактография.

Изображения поверхностей излома образцов в литом и кованных состояниях после растяжения при температуре 20°C представлены на рис. 8. Поверхность излома литого образца имеет грубую фасетированную структуру, тогда как поверхность ковального образца имеет мелкую зернистую структуру, что хорошо согласуется с много меньшим размером зерен/частиц в кованом состоянии. Хрупкий характер разрушения литого сплава подтверждается наличием плоских фасеток скола, заостренных фасетированных выступов и ручьев (рис. 8а). Поверхность излома ковального образца демонстрирует смешанный, хрупко-вязкий, тип разрушения (рис. 8б). Присутствие плоских фасеток с характерными ручьями типично для хрупкого разрушения, тогда как наличие множества ямок разного диаметра вокруг плоских фасеток свидетельствует о вязком разрушении.

Вероятно, в кованом образце трещины образуются на межфазных границах ОЦК/ГЦК за счет хрупкого разрушения, а затем происходит раскрытие трещин за счет пластической деформации прилегающих более пластичных участков.

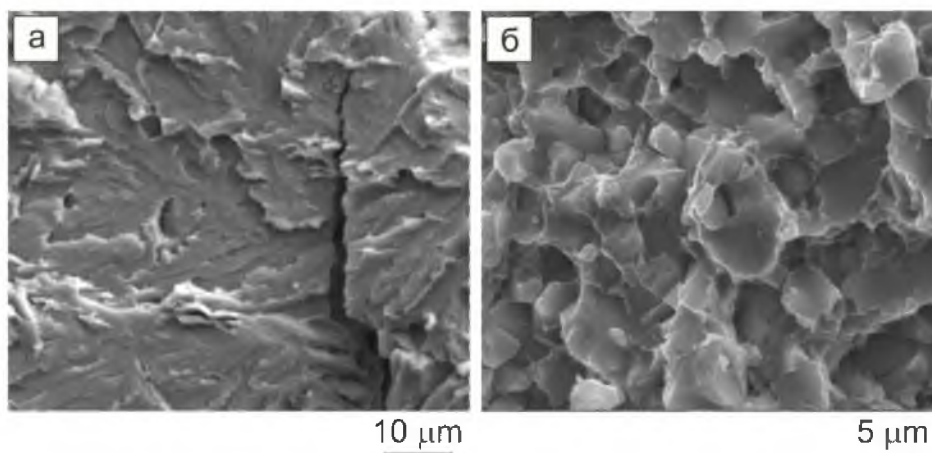


Рис. 8. Поверхности излома после растяжения при комнатной температуре:
(а) литое и (б) кованое состояния (СЭМ)

На рис. 9 представлены поверхности излома образцов литого сплава после растяжения при температурах ХВП. Вид излома при 700°C сходен с изломом после испытаний при комнатной температуре наличием преимущественно квази-сдвиговых фасеток (см. рис. 9а и 8а). Однако, такие элементы структуры, как заостренные фасетированные выступы, русла и ручьи, заметно мельче, что косвенно свидетельствует о дислокационной активности в ОЦК фазе перед срезом. Заостренные фасетированные выступы обычно ассоциируют с пересечением дислокационных стенок, состоящих из винтовых дислокаций, поэтому большая плотность таких выступов свидетельствует о большей плотности дислокаций в образце при 700°C . Кроме того, наличие деформированных пластически холмов и ямок является показателем некоторой вязкости излома литого сплава после испытания при 700°C . Поверхность разрушения литого сплава при 800°C имеет значительные отличия (рис. 9б). Присутствуют крупные поры, появившиеся в процессе пластической деформации. Большая часть пор объединена вторичными трещинами в цепочки. Размер и доля квази-сдвиговых фасеток значительно уменьшается. На поверхности излома наблюдаются новые мелкие глобулярные образования, возникающие при локализации деформации и динамической рекристаллизации на границе излома. Кроме того, окисление при 800°C тонких краев ямок, типичных для вязкого разрушения, также может привести к фрагментации и образованию окисленных глобулярных частиц.

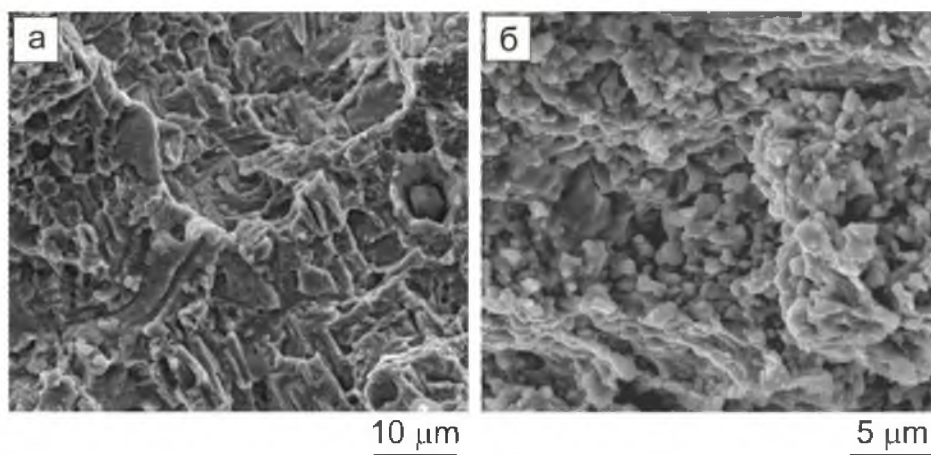


Рис. 9. Поверхности излома литого сплава после растяжения при (а) 700°C и (б) 800°C (СЭМ)

На рис. 10 представлены поверхности излома ковального сплава после растяжения в интервале ХВП. Морфология поверхности разрушения при температуре 600°C (ниже ХВП) ничем не отличается от разрушения при комнатной температуре – присутствуют черты как хрупкого, так и вязкого излома. Хрупкий характер излома отражается в наличие плоских фасеток и характерных узоров из русел внутри больших ямок, вязкое разрушение выражается в наличие многочисленных ямок разного размера по краям плоских фасеток. Разрушение при 700°C (выше ХВП) происходит с образование преимущественно вязкого излома с большими ямками диаметром от 2 до 5 мкм. Изменение характера излома соответствует росту относительного удлинения до 63%.

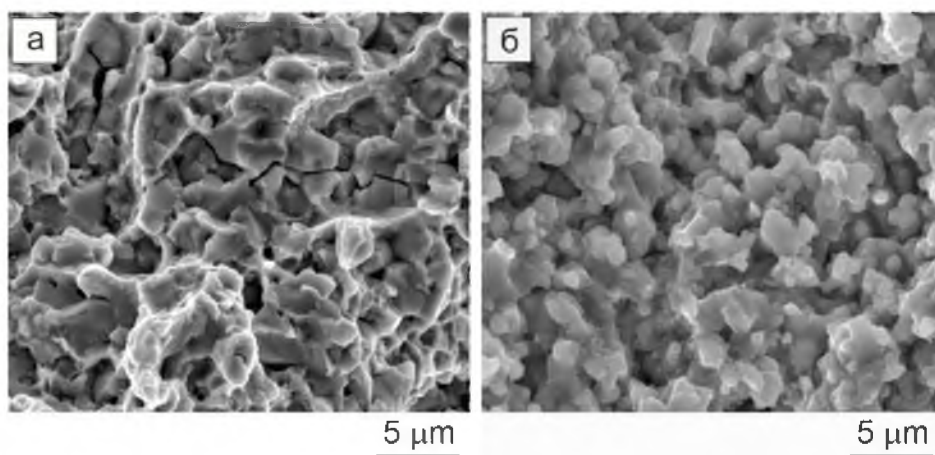


Рис. 10. Поверхности излома кованого сплава после растяжения при (а) 600°C и (б) 700°C (СЭМ)

3. Обсуждение

Представленные выше результаты позволяют заключить, что горячая деформация всесторонней ковкой позволяет значительно трансформировать и измельчить структуру высокоэнтропийного сплава AlCoCrCuFeNi по сравнению с литым состоянием, повысить прочность и пластичность при комнатной температуре, понизить температуру ХВП приблизительно на 100°C. Также сплав деформируется сверхпластически при температурах от 800°C до 1000°C послековки.

Влияние горячей деформации на микроструктуру.

Известно, что термомеханическая обработка является эффективным способом для гомогенизации и измельчения грубой структуры литых материалов, что широко используется для повышения их механических свойств [19-22]. Наша работа продемонстрировала, что данный подход может быть с успехом применен для многокомпонентных ВЭСов. Литой слиток сплава AlCoCrCuFeNi был подвергнут всесторонней изотермической ковке при температуре 950°C. Грубая дендритная структура (размер дендритов около 50 мкм) после литья трансформировалась в мелкозернистую дууплексную структуру из ОЦК матрицы и ГЦК частиц с объемными долями соответственно 60 и 40 %. Средний размер зерен/частиц составил 1.5 мкм. Также была обнаружена наличие в ковном сплаве малой доли σ фазы.

Влияние микроструктуры на механические свойства.

Измельчение микроструктуры приводит к повышению прочности и пластичности. Известно, что уменьшение размера зерна препятствует локализации деформации и локальной концентрации напряжений на границах зерен [25]. Отдельные трещины, в результате роста которых происходит хрупкое разрушение, в ковном сплаве меньше и необходима большая нагрузка для их роста до критического размера. За счет этого происходит повышение прочности и пластичности. И в ковном, и в литом состоянии проявляется ярко выраженный хрупко-вязкий переход, который, скорее всего, связан



с высокой объемной долей ОЦК фазы. Тот факт, что при температурах ниже температуры ХВП на изломах присутствует не только основная хрупкая, но и вязкая составляющая, более заметная в ковном сплаве, показывает, что перед хрупким разрушением происходит локализованная пластическая деформация, возможно, в более пластичной ГЦК фазе. Измельчение структуры в ходе деформации приводит к снижению температуры ХВП приблизительно на 100°C по сравнению с литым состоянием. Также, ХВП происходит при приблизительно одинаковых значениях предела прочности, около 350 МПа. Это свидетельствует о том, что смещение ХВП перехода в сторону низких температур связано с более сильной зависимостью предела прочности и предела текучести от температуры, и, следовательно, более легкому движению дислокаций и релаксации напряжений в ковном сплаве по сравнению с литым. В ковном сплаве выше плотность границ зерен и межфазных границ, а они разупрочняются [26] быстрее при повышении температуры, чем внутризеренные области. Заметное повышение пластичности и уменьшение прочности при повышении температуры выше температуры ХВП, вероятно, связано с активацией зернограницного проскальзывания (ЗГП) за счет диффузионно-контролируемых процессов. Более ощутимое падение прочности и повышение пластичности также происходит в ковном сплаве. За счет более мелкой структуры ЗГП будет развиваться интенсивнее, также должен наблюдаться динамический возврат. Более того, пластическая деформация за счет ЗГП характеризуется высокой чувствительностью напряжения течения к скорости деформации, что препятствует образованию шейки и способствует сверхпластической деформации [21, 27, 28]. Результатом сверхпластического поведения являются протяженные стадии установившегося течения, наблюдаемые при испытаниях ковкого сплава в интервале $800-1000^{\circ}\text{C}$. С другой стороны, в литом сплаве дендритная структура препятствует распространению пластической деформации, что приводит к динамической рекристаллизации при испытаниях при температуре $800-1000^{\circ}\text{C}$. За счет динамической рекристаллизации происходит измельчение структуры в деформированных областях.

4. Заключение

1. Горячая деформация всесторонней изотермической ковкой значительно измельчает дендритную структуру литого сплава AlCoCrCuFeNi и приводит к образованию мелкой дуплексной равноосной структуры со средним размером зерен/частиц ~ 1.5 мкм.

2. При комнатной температуре кованный сплав AlCoCrCuFeNi прочнее и пластичнее литого – в литом состоянии предел прочности составлял 790 МПа, разрушение произошло по достижению предела текучести ($\sim 0.2\%$ относительного удлинения), а послековки предел прочности составил 1170 МПа, относительное удлинение – 1% .

3. Хрупко-вязкий переход с резким повышением пластичности в узком интервале температур наблюдался в сплаве и в литом, и в ковном состояниях. Температура перехода составила $700-800^{\circ}\text{C}$ в литом состоянии, в ковном – $600-700^{\circ}\text{C}$. Уменьшение температуры ХВП в ковном состоянии связано с измельчением структуры.

4. При температурах выше ХВП происходит значительное падение напряжения течения. Предел прочности литого сплава уменьшается с 350 МПа при 700°C до 180 МПа



при 800°C и до 44 МПа при 1000°C. Уменьшение предела прочности ковального сплава происходит еще быстрее: предел прочности уменьшается с 350 МПа при 600°C до 91 МПа при 700°C и до 14 МПа при 1000°C. Уменьшение прочности сопровождается заметным увеличением пластичности.

5. В интервале температур 800-1000°C кованный сплав демонстрирует сверхпластическое поведение. Относительное удлинение превышает 400% и при температуре 1000°C составляет 860%.

Настоящая работа была выполнена в рамках государственного контракта Министерства Образования и Науки Российской Федерации № 02.740.11.5184.

Литература

1. Yeh J.-W., Chen S.-K., Lin S.-J., Gan J.-Y., Chin T.-S., Shun T.-T., Tsau C.-H., Chang S.-Y. // *Adv. Eng. Mater.* – 2004. – 6(5). – P.299-303.
2. Yeh J.-W. // *Ann. Chim. Sci. Mater.* – 2006. – 31. – P.633-648.
3. Yeh J.-W., Chen Y.-L., Lin S.-J., Chen S.-K. // *Mater. Sci. Forum.* – 2007. – 560. – P.1-9.
4. Zhou Y.J., Zhang Y., Wang Y.L., Chen G.L. // *Mater. Sci. Eng., A.* – 2007. – P.454-455. – P.260-265.
5. Zhou Y.J., Zhang Y., Wang Y.L., Chen G.L. // *Appl. Phys. Lett.* – 2007. – 90. – 181904/1-3.
6. Zhou Y.J., Zhang Y., Wang Y.L., Chen G.L. // *J. Alloys Compd.* – 2008. – 466. – P.201-204.
7. Wang Y.P., Li B.S., Ren M.X., Yang C., Fu H.Z. // *Mater. Sci. Eng. A.* – 2008. – 491. – P.154-158.
8. Wang F.J., Zhang Y. // *Mater. Sci. Eng. A.* – 2008. – 496. – P.214-216.
9. Wen L.H., Kou H.C., Li J.S., Chang H., Xue X.Y., Zhou L. // *Intermetallics.* – 2009. – 17. – P.266-269.
10. Tsai C.W., Tsai M.H., Yeh J.W., Yang C.C. // *J. Alloys Compd.* – 2010. – 490. – P.160-165.
11. Zhu J.M., Fu H.M., Zhang H.F., Wang A.M., Li H., Hu Z.Q. // *Mater. Sci. Eng., A.* – 2010. – 527. – P.6975-6979.
12. Senkov O.N., Wilks G.B., Scott J.M., Miracle D.B. // *Intermetallics.* – 2011. – 19. – P.698-706.
13. Senkov O.N., Scott J.M., Senkova S.V., Miracle D.B., Woodward C.F. // *J. Alloys Comp.* – 2011. – 509. – P.6043-6048.
14. Tsai C.-W., Chen Y.-L., Tsai M.-H., Yeh J.-W., Shun T.-T., Chen S.-K. // *J. Alloys Comp.* – 2009. – 486. – P.427-435.
15. Senkov O.N., Wilks G.B., Miracle D.B., Chuang C.P., Liaw P.K. // *Intermetallics.* – 2010. – 18. – P.1758-1765.
16. Zang K.B., Fu Z.Y., Zhang J.Y., Shi J., Wang W.M., Wang H., Wang Y.C., Zhang Q.J. // *J. Alloys Compd.* – 2010. – 502. – P.295-299.
17. Valiev R.Z., Alexandrov I.V. *Bulk Nanostructured Metallic Materials* / Moscow: Akademkniga, 2007. – 398 p.
18. Salishchev G.A., Imayev R.M., Senkov O.N., Imayev V.M., Gabdullin N.K., Shagiev M.R., Kuznetsov A.V., Froes F.H. (Sam) // *Mater. Sci. Eng. A.* – 2000. – 286/2. – P.236-243.
19. Salishchev G.A., Imayev R.I., Senkov O.N., Froes F.H. // *JOM.* – 2000. – 52(12). – P.46-48.
20. Zharebtsov S.V., Salishchev G.A., Galeyev R.M., Valiakhmetov O.R., Mironov S.Y., Semiatin S.L. // *Scripta Mater.* – 2004. – 51. – P.1147-1151.
21. Imayev R.M., Gabdullin N.K., Salishchev G.A., Senkov O.N., Imayev V.M., Froes F.H. // *Acta Mater.* – 1999. – 47. – P.1809-1821.
22. Tong C.J., Chen M.R., Chen S.K., Yeh J.W., Shun T.T., Lin S.J., Chang S.Y. // *Metall. Mater. Trans. A* 36A. – 2005. – P.1263-1271.



23. Tong C.J., Chen Y.L., Chen S.K., Yeh J.W., Shun T.T., Tsau C.H., Lin S.J., Chang S.Y. // Metall. Mater. Trans. A 36A. – 2005. – P.881–893.
24. Wang F.J., Zhang Y., Chen G.L., Davies H.A. // Int. J. Mod. Phys. B 6-7. – 2009. – P.1254–1259.
25. Haasen P. Physical Metallurgy, 3rd Edition / Cambridge, UK: University Press, 1996.
26. Imayev V.M., Imayev R.M., Salishchev G.A. // Intermetallics. – 2000. – 8. – P.1-6.
27. Nieh T.G., Wadsworth J., Sherby O.D. Superplasticity in Metals and Ceramics / Cambridge Solid State Science Series / Cambridge, UK: University Press, 1997.
28. Schwartz M.M. New Materials. Processes, and Methods Technology / Boca Raton, FL, USA: CRC Press, 2005.

MICROSTRUCTURE INFLUENCE ON TENSILE MECHANICAL PROPERTIES OF AN AlCoCrCuFeNi HIGH-ENTROPY ALLOY

*A.V. Kuznetsov, *G.A. Salishchev, **O.N. Senkov,
*N.D. Stepanov, *D.G. Shaysultanov

Belgorod State University,
Pobedy St., 85, Belgorod, 308015, Russia, e-mail: kuznetsov@bsu.edu.ru, ak72@mail.ru
UES, Inc.,
Dayton-Xenia Rd., 4401, Dayton, OH 45432, USA, e-mail: oleg.senkov@wpafb.af.mil

Abstract. Extensive multistep forging at 950°C was applied to the cast AlCuCrFeNiCo high-entropy alloy to transform the cast coarse dendritic structure into the fine equiaxed duplex structure consisting of the mixture of BCC and FCC phases with the average grain/particle size of $\sim 1.5 \pm 0.9$ μm . Tensile properties of the alloy in the as-cast and forged conditions were determined in the temperature range of 20°C to 1000°C. The hot forged alloy was stronger and more ductile during testing at room temperature than the as-cast alloy. The yield stress (YS), ultimate tensile strength (UTS), and tensile ductility (TD) of the forged condition were 1040 MPa, 1170 MPa and 1%, respectively, against 790 MPa, 790 MPa and 0.2% for the as-cast condition. In both conditions, the alloy showed brittle to ductile transition (BDT) with a noticeable increase in the tensile ductility within a narrow temperature range. In the as-cast condition, this transition occurred between 700 and 800°C, while in the forged condition, it was observed between 600 and 700°C. With an increase in the testing temperature above the BDT, the continuous decrease in tensile flow stress and the increase in tensile ductility were observed. In the temperature range of 800-1000°C, the forged alloy showed superplastic behavior. The tensile elongation was above 400% and reached 860% at 1000°C.

Keywords: electron microscopy, mechanical characterization, high entropy alloy, thermomechanical processing, grain refinement; plasticity.